

UNIVERSITI SAINS MALAYSIA

Peperiksaan Semester Pertama
Sidang Akademik 1991/92

Oktober/November 1991

FPC 217 Analisis Farmaseutik

Masa: (3 jam)

Kertas ini mengandungi ENAM soalan.

Jawab LIMA (5) soalan sahaja.

Soalan 1 adalah wajib dan mesti dijawab di atas skrip yang disediakan.

Semua soalan mesti dijawab dalam Bahasa Malaysia.

ANGKA GILIRAN: _____

1. Soalan Pilihan Berganda. Jawab semua soalan dengan menandakan (✓) pada ruang yang dikhaskan bertentangan dengan jawapan atau pernyataan yang BETUL ATAU PALING SESUAI bagi sesuatu soalan. Hanya SATU jawapan/ pernyataan sahaja yang betul atau paling sesuai bagi tiap-tiap soalan. Sebahagian markah akan ditolak bagi jawapan yang salah.

(A) Dalam analisis gravimetrik, mendakan AgCl dicuci dengan larutan asid nitrik cair kerana

- (a) mengurangkan keterlarutan mendakan melalui kesan ion sepunya
- (b) mengelakkan pengoksidaan mendakan oleh udara
- (c) mengelakkan fotopenguraian AgCl
- (d) meneutralkan cas zarah untuk menambahkan pembekuan

ANGKA GILIRAN: _____

(B) Saiz zarah mendakan dari sesuatu analisis gravimetrik dapat ditingkatkan dengan

- (a) proses penghadaman
- (b) menambahkan agen pemendak secara perlahan-lahan
- (c) menggunakan larutan-larutan cair
- (d) semua jawapan di atas betul

(C) Nilai pH bagi larutan asid lemah 0.05M dengan nilai $K_a = 1 \times 10^{-5}$ ialah

- (a) 1.3
- (b) 3.1
- (c) 6.3
- (d) tiada jawapan yang betul

ANGKA GILIRAN: _____

(D) Asid karbonik ialah satu asid diprotik dengan nilai $pK_{a1} = 6.34$ dan nilai $pK_{a2} = 10.36$.
Apakah nilai pK_a satu larutan $0.1M NaHCO_3$?

.... (a) 6.34

.... (b) 10.36

.... (c) 8.35

.... (d) 4.02

(E) Dalam pentitratan pemendakan dengan kaedah Mohr, pH pentitratan haruslah dalam lingkungan 6-10 kerana

.... (a) Ag_2O akan mendak dalam larutan berbes

.... (b) $AgCl$ akan larut semula pada pH 4

.... (c) $Ag_2Cr_2O_7$ akan terurai jika pH larutan terlalu berbes

.... (d) semua jawapan di atas betul

ANGKA GILIRAN: _____

(F) 50 ml satu larutan 0.1M NaCl dititrat dengan 0.1M AgNO_3 . Pada takat kesetaraan, apakah kepekatan Ag^+ ? ($K_{sp} \text{AgCl} = 1 \times 10^{-10}$).

- (a) 0.01M
- (b) $1 \times 10^{-5} \text{M}$
- (c) 0.05M
- (d) $5 \times 10^{-10} \text{M}$

(G) Yang mana di antara piawai-piawai berikut biasa digunakan untuk memiawaikan larutan I_2 ?

- (a) $\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$
- (b) KMnO_4
- (c) $\text{Na}_2\text{C}_2\text{O}_4$
- (d) KIO_3

(H) Yang mana di antara pelarut-pelarut berikut bukan pelarut amfiprotik?

- (a) H_2O
- (b) CH_3OH
- (c) CH_3COOH
- (d) CHCl_3

ANGKA GILIRAN: _____

- (I) Kesauran pentitratan Cu^{2+} dengan trien adalah jauh lebih baik dibandingkan dengan pentitratan Cu^{2+} dengan NH_3 kerana
- (a) K_S adalah lebih besar bagi Cu^{2+} dengan trien
 - (b) Cu^{2+} dan trien membentuk kompleks dalam satu langkah
 - (c) Cu^{2+} dan NH_3 membentuk kompleks dalam empat langkah
 - (d) semua jawapan di atas betul
- (J) Dalam pentitratan pemendakan kaedah Volkard, penunjuk yang digunakan ialah
- (a) SCN^-
 - (b) Fe^{3+}
 - (c) $\text{Cr}_2\text{O}_7^{2-}$
 - (d) NO_3^-

ANGKA GILIRAN: _____

(K) Teknik kromatografi yang mengasingkan zat larutan mengikut saiz molekul dipanggil kromatografi

- (a) penukaran ion
- (b) affiniti
- (c) penjerapan
- (d) tiada jawapan yang betul

(L) Turutan pelarut-pelarut daripada yang paling kuat kepada yang paling lemah dalam kromatografi fasa terbalik adalah

- (a) air > metanol > kloroform > heksana
- (b) heksana > kloroform > metanol > air
- (c) heksana > metanol > kloroform > air
- (d) tiada jawapan yang betul

...8/-

ANGKA GILIRAN: _____

(M) Pilih pernyataan yang betul tentang kromatografi cecair

- (a) bezajelas zat-zat larutan dikurangkan dengan pelarut berkuasa elusi tinggi
- (b) fasa pegun bersifat bukan polar dalam kromatografi fasa terbalik
- (c) kecekapan turus bergantung kepada cara pemadatan fasa pegun
- (d) semua jawapan di atas betul

(N) Yang mana di antara berikut akan mempengaruhi nilai R_f dalam kromatografi lapisan nipis?

- (a) Saiz bintik
- (b) Isipadu pelarut
- (c) Jarak yang dilalui oleh fasa gerak
- (d) Tidak ada jawapan yang betul

...9/-

ANGKA GILIRAN: _____

(O) Nilai HETP bagi sesuatu turus kromatografi cecair prestasi tinggi tidak bergantung kepada

- (a) saiz zarah pepadat
- (b) luas permukaan zarah pepadat
- (c) panjang turus
- (d) cara pemadatan

(P) Mengapa pemancaran sinaran berpendarfluor berlaku hampir tanpa kelengahan masa, tetapi pemancaran berpendarfosfor mungkin kekal bagi suatu tempoh selepas sinaran telah dihentikan?

- (a) Oleh kerana $S \leftrightarrow S$ dilarang dan $S \leftrightarrow T$ diizinkan
- (b) Oleh kerana $S \leftrightarrow T$ dilarang dan $S \leftrightarrow S$ diizinkan
- (c) Oleh kerana T_1 terletak di bawah S_1
- (d) Oleh kerana S_1 terletak di bawah T_1

...10/-

ANGKA GILIRAN: _____

(Q) Yang mana daripada siri-siri sebatian berikut paling sesuai digunakan sebagai piawai dalam bagi sistem HPLC dengan pengesanan ultraungu?

.... (a) $\text{CH}_3\text{CH}_2\text{COCH}_3$, $\text{CH}_3\text{CH}_2\text{CH}_2\text{COCH}_3$,
 $\text{CH}_3\text{CH}_2\text{CH}_2\text{CH}_2\text{COCH}_3$

.... (b) $\text{C}_6\text{H}_5\text{CH}_2\text{OH}$, $\text{C}_6\text{H}_5\text{CH}_2\text{CH}_2\text{OH}$, $\text{C}_6\text{H}_5\text{CH}_2\text{CH}_2\text{CH}_2\text{OH}$

.... (c) $\text{C}_6\text{H}_5\text{COCH}_3$, $\text{C}_6\text{H}_5\text{COCH}_2\text{CH}_3$, $\text{C}_6\text{H}_5\text{COCH}_2\text{CH}_2\text{CH}_3$

.... (d) Semuanya di atas tidak boleh digunakan

(R) Yang mana daripada analisis-analisis berikut dapat dijalankan secara terus dengan menggunakan polarimeter?

.... (a) Glukosa dalam minuman ringan

.... (b) Glukosa dalam air kencing

.... (c) Glukosa dalam darah

.... (d) Glukosa dalam suntikan glukosa - NaCl

ANGKA GILIRAN: _____

(S) Bagaimana masalah pengionan dalam fotometri nyala dapat dikurangkan?

- (a) Menurunkan suhu nyala
- (b) Menambah jumlah besar suatu unsur yang senang terion
- (c) Kedua-dua (a) dan (b)
- (d) Tiada jawapan di atas yang betul

(T) Dalam spektroskopi pendarfluor panjang gelombang pemancaran selalunya lebih besar daripada panjang gelombang pengujaan. Ini disebabkan sebahagian tenaga sudah ditukar menjadi haba melalui

- (a) relaksasi putaran
- (b) perlintasan intersistem
- (c) pendeaktifan perlanggaran
- (d) relaksasi getaran

(20 markah)

2. Satu sampel 0.900 g yang mungkin mengandungi NaOH, NaHCO_3 atau Na_2CO_3 atau campurannya dan bahan lengai dititratkan dengan 0.10M HCl. Isipadu asid yang diperlukan untuk mencapai takat akhir fenolftalein ialah 21.40 ml dan 13.91 ml lagi diperlukan untuk mencapai takat akhir metil merah.

(a) Apakah komposisi sampel.

(5 markah)

(b) Hitungkan peratus setiap bes dalam sampel.

(15 markah)

(Berat atom Na = 23, O = 16, C = 12)

3. (A) Apakah perbezaan di antara iodometri dan iodimetri.

Satu sampel dawai kuprum yang beratnya 0.250 g dianalisis secara iodimetri. Isipadu natrium tiosulfat (0.09M) yang diperlukan ialah 27.5 ml. Apakah % kuprum dalam dawai itu?

(12 markah)

(Berat atom Cu = 63.5)

- (B) Dalam larutan berair, hanya satu takat akhir didapati dari pentitratan campuran HClO_4 dan HCl tetapi dalam larutan asid asetik, dua takat akhir dapat dikesan semasa pentitratan. Apakah sebabnya?

(8 markah)

4. (A) Apakah perbezaan di antara kromatografi cecair fasa biasa dan fasa terbalik?

(6 markah)

- (B) Apakah perubah-perubah yang mempengaruhi penahanan dalam kromatografi penukaran ion?

(6 markah)

- (C) Huraikan tentang faktor-faktor yang mengakibatkan pembujuran jalur dalam proses kromatografi.

(8 markah)

5. (A) Bincangkan tentang kaedah-kaedah penentukuran piawai luar dan piawai dalam.

Apakah kebaikan dan keburukan kaedah-kaedah ini?

(10 markah)

- (B) Penyerapan atom mempunyai beberapa kebaikan berbanding dengan pemancaran nyala, misalnya

- (1) kepekaan yang lebih tinggi
- (2) keputusan pengukuran tidak dipengaruhi oleh suhu nyala dengan banyak
- (3) gangguan dari latarbelakang nyala adalah lebih rendah.

Terangkan sebab-sebabnya.

(10 markah)

6. (A) Satu siri larutan penunjuk bes lemah BOH disediakan dengan melarutkan 5.0 mmol BOH dalam satu liter tampan pada berbagai nilai pH. Nilai-nilai keserapan berikut didapati dalam suatu sel 1.0 cm.

<u>pH</u>	<u>A pada 450 nm</u>	<u>A pada 580 nm</u>
1.00	1.20	0.60
2.00	1.20	0.60
6.30	0.40	0.60
11.00	0.20	0.60
12.00	0.20	0.60

- (a) Hitungkan nilai pK_b bagi bes lemah ini.
- (b) Hitungkan A dan ϵ pada kedua-dua 450 nm dan 580 nm pada suatu larutan yang bertampan pada 5.10.
- (c) Jika suatu larutan bes lemah ini dengan kepekatan dan nilai pH yang tidak dikenali menunjukkan $A = 1.12$ pada 450 nm dan $A = 0.96$ pada 580 nm, apakah nilai pH larutan? Apakah kepekatan bes lemah?

(15 markah)

- (B) Untuk tujuan analisis kuantitatif, kaedah pendarfluor adalah lebih peka daripada kaedah penyerapan ultraungu-ternampakkan. Terangkan sebabnya.

(5 markah)

Klasifikasi Struktur Elektronik dan Peralihan

Klasifikasi		λ_{\max}	Contoh	$\lambda_{\max} (\epsilon)$	Peralihan
C=C	alkena	160-180 nm	etena	165 nm (10,000)	$\pi \rightarrow \pi^*$
C \equiv C	alkuna	160-180 nm	asetilena	173 nm (6,000)	$\pi \rightarrow \pi^*$
C=O	aldehid atau keton	180-190 nm ~280 nm	aseton	188 nm (1,860) 276 nm (15)	$n \rightarrow \sigma^*$ $n \rightarrow \pi^*$
C=O	asid karboksilik atau turunannya	~200 nm	asid asetik	208 nm (32)	$n \rightarrow \pi^*$
C=C-C=C	diene ber-konjugat	215-250 nm	1,3-butadiena	217 nm (21,000)	$\pi \rightarrow \pi^*$
C=C-C=O	aldehid atau keton ber-konjugat	215-250 nm >300 nm	krotonal-dehid	218 nm (18,000) 320 nm (20)	$\pi \rightarrow \pi^*$ $n \rightarrow \pi^*$
C=C-C=C	asid ber-konjugat atau turunannya	210 nm 240 nm	asid cis-	206 nm (13,500) 242 nm (250)	$\pi \rightarrow \pi^*$ $n \rightarrow \pi^*$
	benzena atau benzena ter-substitusi	200-240 nm 250-280 nm	benzena	205 nm (8,000) 255 nm (215)	$\pi \rightarrow \pi^*$ $\pi \rightarrow \pi^*$
			fenol	210 nm (6,200) 270 nm (1,450)	$\pi \rightarrow \pi^*$ $\pi \rightarrow \pi^*$
			stirena	244 nm (12,000) 282 nm (450)	$\pi \rightarrow \pi^*$ $\pi \rightarrow \pi^*$
			asetofenon	240 nm (13,000) 278 nm (1,100) 319 nm (50)	$\pi \rightarrow \pi^*$ $\pi \rightarrow \pi^*$ $n \rightarrow \pi^*$